

This Page Is Inserted by IFW Operations
and is not a part of the Official Record

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

**As rescanning documents *will not* correct images,
please do not report the images to the
Image Problem Mailbox.**

DERWENT- 1994-153913
ACC-NO:

DERWENT- 199419
WEEK:

COPYRIGHT 1999 DERWENT INFORMATION LTD

TITLE: Prepn. device for light wavelength conversion element - has ring-type furnace for heating inserted capillary, transfer mechanism and polarisation microscope Raman diffusion spectroscopy system

PATENT-ASSIGNEE: TOSHIBA KK[TOKE]

PRIORITY-DATA: 1992JP-0241646 (September 10, 1992)

PATENT-FAMILY:

PUB-NO	PUB-DATE	LANGUAGE	PAGES	MAIN-IPC
JP 06095190 A	April 8, 1994	N/A	004	G02F 001/37

APPLICATION-DATA:

PUB-NO	APPL-DESCRIPTOR	APPL-NO	APPL-DATE
JP06095190A	N/A	1992JP-0241646	September 10, 1992

INT-CL (IPC): G02B006/16, G02F001/37

ABSTRACTED-PUB-NO: JP06095190A

BASIC-ABSTRACT:

Device produces fibre type light wavelength conversion element by growing or organic single crystal with non-linear optical effect in a capillary. The device has a ring type furnace for heating inserted capillary, back and forth transfer mechanism for the capillary, and a polarisation microscope Raman diffusion spectroscopy system (6) for detecting and discrimination of the organic single crystal.

ADVANTAGE - The device has less raw material consumption and improved productivity.

In an example, a 2-methyl-4-nitro aniline was filled in a 1 micron inner dia. glass capillary (3) at 140 deg. C.. The (3) was inserted in a ring type furnace (4) (20-140 deg. C), (3) was pulled up to lower temp. domain while rotating by transfer mechanism (5) for single crystal growth by conventional method. The crystal was detected and discriminated by (6).

CHOSEN- Dwg. 1/2

DRAWING:

TITLE- PREPARATION DEVICE LIGHT WAVELENGTH CONVERT ELEMENT RING TYPE
TERMS: FURNACE HEAT INSERT CAPILLARY TRANSFER MECHANISM POLARISE
MICROSCOPE RAMAN DIFFUSION SPECTROSCOPE SYSTEM

DERWENT-CLASS: L03 P81 V07

CPI-CODES: L03-G02;

EPI-CODES: V07-K04;

SECONDARY-ACC-NO:

CPI Secondary Accession Numbers: C1994-070563

Non-CPI Secondary Accession Numbers: N1994-120892

(19)日本国特許庁(J P)

(12) 公 開 特 許 公 報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平6-95190

(43)公開日 平成6年(1994)4月8日

(51)Int.Cl. ⁵	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
G 0 2 F 1/37		8106-2K		
G 0 2 B 6/16		7036-2K		

審査請求 未請求 請求項の数1(全 4 頁)

(21)出願番号 特願平4-241646

(22)出願日 平成4年(1992)9月10日

(71)出願人 000003078

株式会社東芝

神奈川県川崎市幸区堀川町72番地

(72)発明者 都鳥 顕司

神奈川県川崎市幸区小向東芝町1番地 株
式会社東芝総合研究所内

(72)発明者 森 寧

神奈川県川崎市幸区小向東芝町1番地 株
式会社東芝総合研究所内

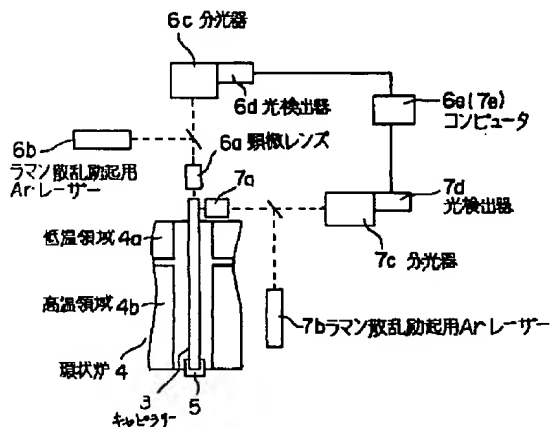
(74)代理人 弁理士 須山 佐一

(54)【発明の名称】 光波長変換素子製造装置

(57)【要約】

【目的】 ファイバー型光波長変換素子の製造過程でコアを成す有機単結晶の配向方位ないし結晶状態を評価し得る光波長変換素子製造装置を提供する。

【構成】 キャピラリー内に非線形光学効果を有する有機単結晶を成長させてファイバー型光波長変換素子を製造する光波長変換素子製造装置であって、キャピラリーが挿通配置され、前記キャピラリーを外周面から加熱する環状炉と、前記環状炉に挿通配置されたキャピラリーを軸方向に進退させる搬送機構と、前記キャピラリー内にて成長する有機単結晶を検知・識別する偏光顕微ラマン散乱分光システムとを具備して成ることを特徴とする。



【特許請求の範囲】

【請求項1】 キャピラリー内に非線形光学効果を有する有機単結晶を成長させてファイバー型光波長変換素子を製造する光波長変換素子製造装置であって、キャピラリーが挿通配置され、前記キャピラリーを外周面から加熱する環状炉と、前記環状炉に挿通配置されたキャピラリーを軸方向に進退させる搬送機構と、前記キャピラリー内にて成長する有機単結晶を検知・識別する偏光顕微ラマン散乱分光システムとを具備して成ることを特徴とする光波長変換素子製造装置。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】本発明は光波長変換素子製造装置に係り、特にコアを成す有機単結晶の配向方位の評価や結晶状態の評価を製造過程で行い得る手段を付設した光波長変換素子製造装置に関する。

【0002】

【従来の技術】レーザ光を用いたオプトロニクスの分野では、たとえば記録密度を上げるため、光源の短波長化、高出力化、小形化の要求が高まっており、半導体レーザと第二高調波発生(SHG)、もしくは第三高調波発生(THG)の現象を利用する光波長変換素子との組み合わせがその一つの形態を成している。ここで、半導体レーザと組み合わせる光波長変換素子としては、クラッドとしてのガラス製もしくはプラスチック製のキャピラリー内部に、非線形光学効果を有する有機単結晶、より具体的には SHG 活性、もしくは THG 活性の有機単結晶をコアとして充填して成る SHG、もしくは THG ファイバー型光波長変換素子がよく知られている。図2はこのよう

なファイバー型光波長変換素子の構成例を断面的に示したもので、1は非線形光学効果を有する有機単結晶から成るコア、2はキャピラリーから成るクラッドである。

【0003】そして、この種のファイバー型光波長変換素子は、一般に次のようにして製造されている。すなわち、長さ数10cmのガラス製もしくはプラスチック製のキャピラリーの内部に、前記 SHG 活性、もしくは THG 活性の有機単結晶を恒温炉内で成長させ、キャピラリーをクラッド、有機単結晶をコアとするファイバーを作製した後、このファイバーを5~10mm程度の長さに切断し、ファイバー型光波長変換素子として使用している。

【0004】ところで、前記ファイバー型光波長変換素子においては、コアを成す有機単結晶の配向方位(結晶軸の方位)が、SHG ファイバー型光波長変換素子、THG ファイバー型光波長変換素子の性能を左右する。つまり、一般に有機物質は結晶方位によって屈折率および二次、三次の非線形光学定数の値が異なるため、結晶の配向方位の変化は、SHG ファイバー型光波長変換素子、THG ファイバー型光波長変換素子の交換効率および第二高調波(SH)光、第三高調波(TH)光の放射角度を変化させるからである。したがって、ファイバー型光波長変換

素子では、コアを成す有機単結晶の配向方位を抑制しなければならず、またキャピラリー内で成長した有機単結晶の配向方位評価する対策が求められている。

【0005】しかしながら、ファイバー型光波長変換素子においては、コアを導波する基本波のモードが単一である方が、SHG、THGの交換効率がよいので、コアの径が一般的に1~10 μ m程度に選択・設定されている。このため、X線回折も不可能で、結果的に、結晶の配向方位の評価をなし得ない。なお、コアの径が数10 μ m程度あれば、X線回折も可能であるが、この場合クラッド部分をエッチングなどにより除去する必要があるため、一度X線回折に供したものは、ファイバー型光波長変換素子として使用し得ないことになる。

【0006】

【発明が解決しようとする課題】上記したように、ファイバー型光波長変換素子では、これまでコアを成す有機単結晶の配向方位を評価する適切な手段がなく、実際に入射光を入射したときの交換効率および出力光の放射角度を実測しなければ、性能を評価・確認し得ず、製品を直ちに短波長レーザシステムに組み込むことはできなかった。しかもこのとき、入射光の偏光方向を判別するにはコアを成す有機単結晶の配向方位を判別しなければならぬため、入射光の偏光方向についても、ファイバー型光波長変換素子への入射を繰り返したうえでの試行錯誤で決定されていた。すなわち、ファイバー型光波長変換素子においては、入射光の偏光を試行錯誤で決定し、交換効率および出力光の放射角度を実測して性能を確認したうえで、良品のみが始めて短波長レーザシステムに組み込まれるため、製造コストないし生産性、さらに歩留まりが劣るなど実用上多くの問題があった。

【0007】本発明は上記事情に対処してなされたもので、製造過程でコアを成す有機単結晶の配向方位ないし結晶状態を評価でき、生産性高くファイバー型光波長変換素子を製造することができる光波長変換素子製造装置の提供を目的とする。

【0008】

【課題を解決するための手段】本発明に係る光波長変換素子製造装置は、キャピラリー内に非線形光学効果を有する有機単結晶を成長させてファイバー型光波長変換素子を製造する光波長変換素子製造装置であって、キャピラリーが挿通配置され、前記キャピラリーを外周面から加熱する環状炉と、前記環状炉に挿通配置されたキャピラリーを軸方向に進退させる搬送機構と、前記キャピラリー内にて成長する有機単結晶を検知・識別する偏光顕微ラマン散乱分光システムとを具備して成ることを特徴とする。すなわち、本発明は、いわゆるキャピラリー内に収容した有機化合物をゾーンメルト的に処理し、一定方向に有機単結晶を成長させてファイバー型光波長変換素子を製造する装置に、成長させる有機単結晶の配向方位などの評価を行う偏光顕微ラマン散乱分光システムを

3

付設したことを骨子とする。

【0009】なお、ここで偏光顕微ラマン散乱分光の光源としては、Arイオンレーザ、He-Neレーザ、色素レーザ、YAGレーザ、YLFレーザ、Tiサファイアレーザ、半導体レーザ、およびこれらの高調波光などが使用可能であり、光源の選択に当たっては、コアに用いる有機物質の吸収波長を考慮する。

【0010】

【作用】上記本発明において付設した偏光顕微ラマン散乱分光システムによって、コア径が1 μ m程度の場合でも、クラッド部分を除去せず、一定方向に成長する有機単結晶の配向方位を容易に判定し得る。すなわち、SHG、THG活性の有機単結晶では、入射光の偏光方向によってもラマンスペクトルが異なるので、予め使用する入射光の偏光方向について結晶方位とラマンスペクトルとの関係を把握しておけば、検出されたラマンスペクトルによって結晶の配向方位を判定し得ることになる。またこのとき、結晶の配向方位を判定・確認することにより、必然的に入射光の偏光方向を決定することもでき、本発明では不適切な配向方位の有機単結晶が成長したS

【0011】

【実施例】以下図1を参照して本発明の実施例を説明する。

【0012】図1は本発明に係る光波長変換素子製造装置の構成例を示すブロック図（概略図）であり、3は有機物質を収納（収容）して一定方向に有機単結晶を成長させるガラス製キャピラリー、4は前記ガラス製キャピラリー3を挿通して外周面から加熱する環状炉である。そして、この環状炉4は比較的低温の低温領域部4aと比較的高温の高温領域部4bとから構成されている。また、5は前記環状炉4に挿通配置されたガラス製キャピラリー3を軸方向に進退および回転させる搬送機構、6、7は前記ガラス製キャピラリー3内にて成長する有機単結晶の端面、および側面部をそれぞれ検知・識別する偏光顕微ラマン散乱分光システムである。この偏光顕微ラマン散乱分光システム6、7はそれぞれ前記有機単結晶の端面、および側面部に対向して配置された顕微レンズ6a、7a、前記顕微レンズ6a、7aを介してラマン散乱分光を行うためのラマン散乱励起用Arレーザ6b、7b、被検知部を照射し反射したラマン散乱分光を顕微レンズ6a、7aを介して受光する分光器6c、7c、前記分光器6c、7cでの受光をスペクトル観察する光検出器6d、7d、および光検出器6d、7dでの結果を整理・評価するコンピューター6e（7e）とて構成されている。次に、上記構成の光波長変換素子製造装置の使用例を説明する。

【0013】まず、たとえば内径1 μ mのガラス製キャピラリー3を用意し、予め、真空中140℃の温度で溶融

4

しておいた有機物質、2-メチル-4-ニトロアニリン（MNA）（融点約132℃）を毛細管現象によって、前記ガラス製キャピラリー3内に吸い上げ収容した。一方、環状炉4においては、低温領域部4aを20℃程度に、また高温領域部4bを140℃程度にそれぞれ設定しておき、この環状炉4内に、前記有機物質を収容したガラス製キャピラリー3を装着配置し、搬送機構5の駆動によって、ガラス製キャピラリー3をゆっくり回転させながら、軸方向に沿って低温領域部4a側へと引上げて、溶融・収容されている有機物質（MNA）の単結晶を成長させる。この単結晶の成長に当たり、ガラス製キャピラリー3の上端面においては、偏光顕微ラマン散乱分光システム6によって、結晶方位が判別される。すなわち、ガラス製キャピラリー3の引上げに伴い顕微レンズ6aも上方に移動しながら、顕微ラマン散乱分光およびスペクトル観察を行って、生成した有機単結晶の結晶方位を判別する。一方、引上げられるガラス製キャピラリー3の側面部においては、偏光顕微ラマン散乱分光システム7によって、成長する有機単結晶の側面部について同様に顕微ラマン散乱分光およびスペクトル観察を行い、有機単結晶の結晶方位を判別する。なお、この側面部について、顕微ラマン散乱分光およびスペクトル観察を行う場合、前記ガラス製キャピラリー3、もしくは側面部に対向して配置された顕微レンズ7aの少なくともいずれか一方を円周方向に回転させ、全周面に亘って成長する有機単結晶の結晶方位の判別を可能にする。

【0014】上記光波長変換素子の製造過程において、ガラス製キャピラリー内で成長する有機単結晶は、その結晶方位の判別が連続的になされるため、結晶の配向方位が好ましくない場合は、光波長変換素子の製造を中止し、搬送機構5によってガラス製キャピラリー3を引き下げて、再度ガラス製キャピラリー3内の有機物質を溶融させ、単結晶の成長を進めることが可能となる。また、結晶の多結晶化、不純物の混入や立体異性体の混在も、前記偏光顕微ラマン散乱分光システム6、7によって判別し得るので、特性的な面からの判別、摘出排除も可能である。つまり、キャピラリーや有機物質を無駄なく使用し得るばかりでなく、ファイバー型光波長変換素子の製造過程で結晶方位が判別されるため、必然的に入射光の偏光方向も決定し得ることになり、従来の試行錯誤的な対応を要せずに短波長レーザーシステムに組み込むことができる。

【0015】なお、上記では環状炉4が縦型の光波長変換素子製造装置の構成例を説明したが、環状炉4が横型の構造であってもよい。また、上記では有機物質として、2-メチル-4-ニトロアニリン（MNA）を用い、その単結晶をコアとして成長させる使用例を説明したが、たとえば3-アセトアミド-4-ジメチルアミノニトロベンゼン（DAN）、N-（4-ニトロフェニル）-（S）-プロピノール（NPP）、メチル（2，4-ジニトロフェ

5

ニル) アミノプロピオネート (MAP)などを用いた場合も、同様に所要の結晶の配向を有するファイバー型光波長変換素子を製造し得た。

【0016】

【発明の効果】上記説明したごとく、本発明に係る光波長変換素子製造装置によれば、原料・素材などを無駄なく利用でき、所要のすぐれた性能・特性を備えたファイバー型光波長変換素子を生産性高く製造することが可能となる。

【図面の簡単な説明】

【図1】本発明に係る光波長変換素子製造装置の概略構

6

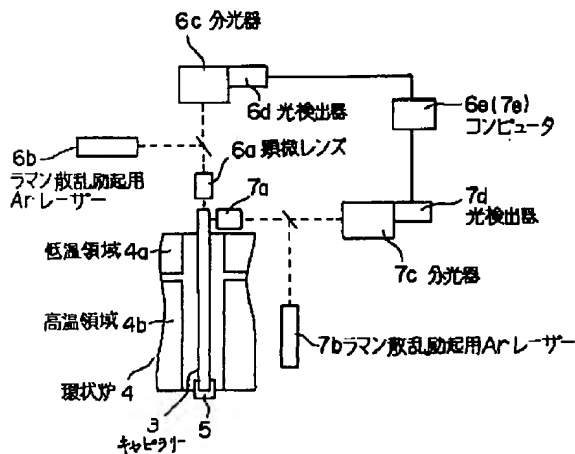
成例を示すブロック図。

【図2】ファイバー型光波長変換素子の構成例を示す断面図。

【符号の説明】

- 1…コア(有機単結晶) 2…クラッド 3…ガラス製キャピラリー
4…環状炉 4a…低温領域部 4b…高温領域部
5…搬送機構 6, 7…偏光顕微ラマン散乱分光システム 6a, 7a…顕微レンズ 6b, 7b…ラマン散乱励起用Arレーザ 6c, 7c…分光器 6d, 7d…光検出器 6e, (7e)…コンピューター

【図1】



【図2】

